

Requested Patent: JP6089422A

Title: PRODUCTION OF COBALT-IRON-NICKEL MAGNETIC FILM ;

Abstracted Patent: JP6089422 ;

Publication Date: 1994-03-29 ;

Inventor(s): SUZUKI FUMITAKE; others: 04 ;

Applicant(s): FUJITSU LTD ;

Application Number: JP19920239510 19920908 ;

Priority Number(s): ;

IPC Classification: G11B5/66; G11B5/852 ;

Equivalents: ;

#### ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain the magnetic film having large corrosion resistance by producing the magnetic film of Co-Fe-Ni in the plating bath containing Co, Fe and Ni in a prescribed ratio.

CONSTITUTION: In a sample 10, a Ti layer 2 is formed on a glass substrate 1, and a Ni-Fe layer 3 is formed on the Ti layer, and a Co-Fe-Ni layer 4 is formed on the Ni-Fe layer by forming in a plating liq. In the Co-Fe-Ni layer, atom ratio of Co:Fe:Ni is adjusted to (4-13):(1-4):(24-42). In this way, pitting potential becomes 0mV and corrosion resistance is improved. The sample is heat-treated in a magnetic field while impressing the magnetic field toward the inside of the film, magnetic anisotropy is disturbed and the magnetic film having 1300 permeability or more is obtained.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-89422

(43)公開日 平成6年(1994)3月29日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

G 11 B 5/66  
5/852

識別記号

7303-5D  
Z 7303-5D

府内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 6 (全 10 頁)

(21)出願番号

特願平4-239510

(22)出願日

平成4年(1992)9月8日

(71)出願人 000005223

富士通株式会社

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

(72)発明者 鈴木 文武

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

富士通株式会社内

(72)発明者 細野 和真

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

富士通株式会社内

(72)発明者 田中 真一

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

富士通株式会社内

(74)代理人 弁理士 井島 藤治 (外1名)

最終頁に続く

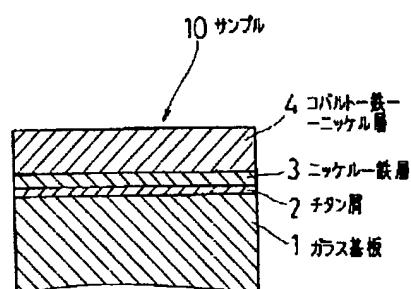
(54)【発明の名称】 コバルト-鉄-ニッケル磁性膜の製造方法

(57)【要約】

【目的】 組成がコバルト-鉄-ニッケルである磁性膜に関する、耐食性が良好なコバルト-鉄-ニッケル磁性膜の製造法を提供することを目的とする。

【構成】 コバルト、鉄、ニッケルを含んだめっき浴のイオン比を、コバルト：鉄：ニッケル = 4~13 : 1~4 : 24~42、とする。

請求項1及び2記載の発明の実施例のサンプルの  
膜組成を示す断面構成図



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 コバルト、鉄、ニッケルを含んだめっき浴のイオン比を、  
コバルト：鉄：ニッケル = 4~13 : 1~4 : 24~42、  
としたことを特徴とするコバルト-鉄-ニッケル磁性膜の製造方法。

【請求項2】 前記めっき浴を用いて、  
コバルト含有量を38~65重量%、

鉄含有量を10~31重量%の磁性膜を成膜したことを特徴とする請求項1記載のコバルト-鉄-ニッケル磁性膜の製造方法。 10

【請求項3】 コバルト-鉄-ニッケル磁性膜を磁場中めっき法にて成膜し、  
次に、膜面内方向に磁場を印加しながら回転し、磁場中熱処理を施す、  
ことを特徴とするコバルト-鉄-ニッケル磁性膜の製造方法。

【請求項4】 前記印加磁場は、2000e以上、  
前記回転速度は、30~80rpm、  
熱処理温度を200~300°C、 20

としたことを特徴とする請求項3記載のコバルト-鉄-ニッケル磁性膜の製造方法。

【請求項5】 コバルト-鉄-ニッケル磁性膜を磁場中めっき法にて成膜し、  
前記磁性膜の異方性が困難軸となる方向から磁場を印加しながら、磁場中熱処理を施す、  
ことを特徴とするコバルト-鉄-ニッケル磁性膜の製造方法。

【請求項6】 前記熱処理温度は200~300°C、  
熱処理時間は1時間以上、 30  
としたことを特徴とする請求項5記載のコバルト-鉄-ニッケル磁性膜の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、コンピュータの外部記憶装置の一つである磁気ディスク装置の磁気ヘッド、磁気記録媒体の磁性材料に関し、更に、詳しくは、組成がコバルト-鉄-ニッケルである磁性膜に関する。

【0002】 近年、鉄-コバルト系の磁性膜は、高飽和磁束密度(Bs)が得られることより、記録密度の高密度化が図れる高保磁力(Hc)媒体用の薄膜磁気ヘッドの磁極材料として、研究開発が進められている。

【0003】 又、媒体側では、媒体の膜厚方向に残留磁化を形成し、信号の記録を行う垂直記録層とその下側に磁束のリターンとして用いられる裏打ち磁性層との二層構造をもつ垂直二層膜媒体の裏打ち磁性層としての利用も報告されている。

## 【0004】

【従来の技術】 鉄-コバルト磁性膜の成膜手段としては、めっき法、スパッタリング法等がある。めっき法に

2

おいては、鉄:コバルトのイオン比を1:5 ~ 1:30 の浴組成にすることより、飽和磁束密度(Bs)が 15000Gauss 以上、表面粗さの小さい面(光沢面)が得られることが報告されている(特願平2-081809号)。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、上記構成の鉄-コバルト磁性膜においては、下記の様な問題点がある。

【0006】 ① 鉄-コバルト磁性膜は耐食性が悪い。自然分極測定法(膜の自然電極電位から+側に電位を上げて行き、アノード分極曲線を測定する)から得たピッティングボテンシャル(ピットが発生する電位)の値は、-190 ~ -260mV と低い。このため、鉄-コバルト系磁性膜をヘッドの磁極に用いると腐食し、特性の劣化等が生じる可能性がある。

【0007】 本発明は、上記問題点に鑑みてなされたもので、その目的は、耐食性が良好なコバルト-鉄-ニッケル磁性膜の製造法を提供することにある。又、本発明の他の目的は、透磁率が高いコバルト-鉄-ニッケル磁性膜の製造方法を提供することにある。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】 上記課題を解決する請求項1記載の発明は、コバルト、鉄、ニッケルを含んだめっき浴のイオン比を、コバルト：鉄：ニッケル = 4~13 : 1~4 : 24~42としたものである。

【0009】 次に、請求項2記載の発明は、請求項1記載のめっき浴を用いて、コバルト含有量を38~65重量%、鉄含有量を10~31重量%の膜を成膜したものである。又、請求項3記載の発明は、コバルト-鉄-ニッケル磁性膜を磁場中めっき法にて成膜し、次に、膜面内方向に磁場を印加しながら回転し、磁場中熱処理を施すものである。

【0010】 又、請求項4記載の発明は、請求項3における印加磁場は、2000e以上、回転速度は、30~80rpm、熱処理温度を200~300°Cである。又、請求項5記載の発明は、コバルト-鉄-ニッケル磁性膜を磁場中めっき法にて成膜し、前記磁性膜の異方性が困難軸となる方向から磁場を印加しながら、磁場中熱処理を施すものである。

【0011】 又、請求項6記載の発明は、請求項5における熱処理温度は200~300°C、熱処理時間は1時間以上である。

## 【0012】

【作用】 請求項1及び2記載の発明のコバルト-鉄-ニッケル磁性膜の製造方法においてピッティングボテンシャルは0mV以上となり、耐食性が大きく向上した。

【0013】 請求項3及び4記載の発明のコバルト-鉄-ニッケル磁性膜の製造方法においては、膜面内方向に磁場を印加しながら回転し、磁場中熱処理を施すことにより、磁気異方性を乱し、透磁率が1300以上の磁性膜を得ることができる。

【0014】請求項5及び6記載の発明のコバルト-鉄-ニッケル磁性膜の製造法においては、磁性膜の磁気異方性が困難軸となる方向から磁場を印加して、熱処理を施すことにより、磁気異方性を乱し、透磁率が1300以上の磁性膜を得ることができる。

## 【0015】

【実施例】次に図面を用いて本発明の一実施例を説明する。先ず、図1から図4を用いて請求項1及び2記載の発明の実施例のコバルト-鉄-ニッケル磁性膜のめっき浴の組成を説明する。請求項1及び2記載の発明の実施例のサンプルの膜組成を示す図1におけるサンプル10において、1はガラス基板、2はガラス基板1上に形成されたチタン(Ti)層、3はチタン層2上に形成されたニッケル(Ni)-鉄(Fe)層、4はニッケル-鉄層3上にめっき浴中で成膜されるコバルト(Co)-鉄(Fe)-ニッケル(Ni)層である。

【0016】そして、図2に示すめっき浴組成で、且つ、図3に示すようなめっき条件でコバルト-鉄-ニッケル層4を一方向磁場中で成膜したところ、図4に示すような結果を得た。

【0017】めっき浴の各組成成分の各重量%時における飽和磁束密度とピッティングボテンシャルを示す図4において、ピッティングボテンシャルは0mV以上であれば、耐蝕性は確保できる。又、飽和磁束密度(Bs)は、14KGauss以上確保できれば、良い。

【0018】このような条件で、本願発明者は実験を行った結果、下記のような条件であれば、上述のピッティングボテンシャルと、飽和磁束密度を満足することが判明した。

## 【0019】①めっき浴のイオン比

コバルト：鉄：ニッケル = 4~13 : 1~4 : 24~42

## ②めっき膜の重量%

コバルト含有量 38~65重量%、鉄含有量 10~31重量%

このような組成にすることによって、飽和磁束密度を犠牲にすることなく、耐蝕性の良好なコバルト-鉄-ニッケル磁性膜を得ることができる。

【0020】次に、図5から図13を用いて、請求項3から6記載の発明の実施例を説明する。図5は請求項3及び4記載の発明の実施例の説明図、図6は請求項5及び6記載の発明の実施例の説明図である。

【0021】図7に示すような組成のめっき浴を用いて成膜したサンプル10に下記のような条件で、磁場中熱処理を行った。

## 【0022】加熱温度 : 200°C

加熱時間 : 1時間

印加磁場 : 2000e, 8000e

この時、印加磁場の方向を以下のパラメータとした。

【0023】①図5に示すように、面内方向に磁場を印加してサンプルを回転させる。

②図6に示すように、面内磁気異方性の容易軸方向に磁場を印加する。

③図6に示すように、面内磁気異方性の困難軸方向に磁場を印加する。

【0024】ここで、磁気特性について、図8から図10を用いて説明を行う。図8は磁性膜の異方性を説明する図、図9はサンプル10のA方向の磁化特性を説明する図、図10はB方向の磁化特性を説明する図である。

【0025】そして、図9では、磁場(磁界の強さ)を増加させて行った時に、ある磁場以上印加すると、磁化の向きが反転する。このような特性を示す方向を磁気容易方向(容易軸)と呼ぶ。

【0026】これに対して、図10では、磁場(磁界の強さ)を増加させて行くと、それに伴い磁化の向きが徐々に反転して行く。これを磁化困難方向(困難軸)という。そして、印加磁場2000e, 8000eにおける熱処理の印加方向による透磁率と飽和磁束密度との関係を示す図11及び図12において、成膜時の透磁率は、800程度であるが、回転磁場熱処理(①)を施すことにより、透磁率を1300程度まで上げることができる。

【0027】又、困難軸から印加し熱処理(③)を施すと、異方性の向きは反転するが、透磁率を1300程度まで、上げることができる。しかし、容易軸から印加し、熱処理を施したサンプル(②)は、逆に、透磁率を600に低下させてしまう。

【0028】更に、図11、図12に示すように印加磁場 2000e と 8000e とでは、差が見られなかった。又、飽和磁束密度は熱処理を施しても、ほとんど変化は無かった(Bs=17000 Gauss)。

【0029】次に、熱処理時間による透磁率と飽和磁束密度との関係を示す図13において、回転磁場中熱処理について、熱処理時間を変化させ(0~6時間)、行った。ここで、他の熱処理条件は、図11及び図12の場合と同じである。

【0030】透磁率の目標値を1300と置くと、熱処理を1時間行なうことで、透磁率=1300を得ることができる。更に、時間を増やしていくと、透磁率は徐々に高くなる傾向がある。例えば、6時間行った場合、透磁率は1500程度になる。

【0031】更に、飽和磁束密度は、図11及び図12の場合とほとんど変らない。

## 【0032】

【発明の効果】以上述べたように本発明によれば、下記の様な効果を得ることができる。

①コバルト、鉄、ニッケルを含んだめっき浴のイオン比を、コバルト：鉄：ニッケル = 4~13 : 1~4 : 24~42としたことにより、ピッティングボテンシャルは0mV以上となり、耐食性が大きく向上した。

【0033】②膜面内方向に磁場を印加しながら回転し、磁場中熱処理を施すことにより、磁気異方性を乱

し、透磁率が1300以上の磁性膜を得ることができる。

③ 磁性膜の磁気異方性が困難軸となる方向から磁場を印加して、熱処理を施すことにより、磁気異方性を乱し、透磁率が1300以上の磁性膜を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】請求項1及び2記載の発明の実施例のサンプルの膜組成を示す断面構成図である。

【図2】めっき浴の組成を説明する図である。

【図3】めっき条件を説明する図である。

【図4】めっき浴の各組成成分の各重量%時における飽和 10 磁束密度とピッティングボテンシャルを示す図である。

【図5】請求項3及び4記載の発明の実施例の説明図である。

【図6】請求項5及び6記載の発明の実施例の説明図である。

【図7】請求項3乃至6記載の発明の実施例のめっき浴の組成を説明する図である。

【図8】請求項3乃至6記載の発明の実施例で成膜された磁性膜の異方性を説明する図である。

【図9】図8におけるA方向の磁化特性を説明する図である。

【図10】図8におけるB方向の磁化特性を説明する図である。

【図11】印加磁場2000eの場合における熱処理の印加方向による透磁率と飽和磁束密度との関係を説明する図である。

【図12】印加磁場8000eの場合における熱処理の印加方向による透磁率と飽和磁束密度との関係を説明する図である。

【図13】熱処理時間による透磁率と飽和磁束密度との関係を説明する図である。

【符号の説明】

1 ガラス基板

2 チタン層

3 ニッケル-鉄層

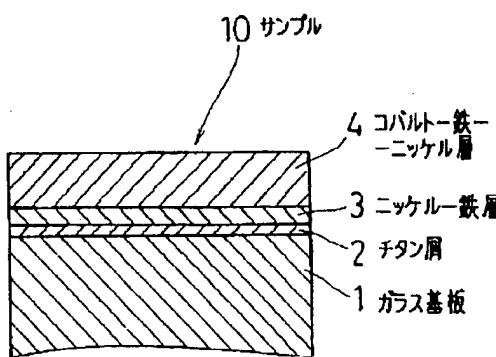
4 コバルト-鉄-ニッケル層

10 サンプル

【図1】

【図3】

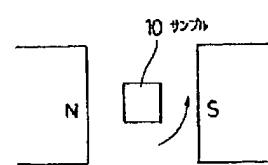
請求項1及び2記載の発明の実施例のサンプルの  
膜組成を示す断面構成図



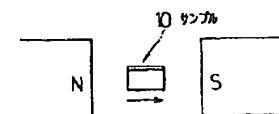
浴温	36 ~ 38 °C
pH	2.5
磁場強さ	300 0e

【図5】

請求項3及び4記載の発明の実施例の説明図



(a)



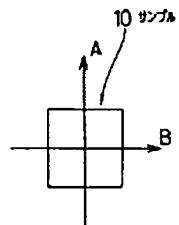
(b)

【図2】

めっき浴の組成を説明する図

硫酸コバルト	30	~	90	g/l
硫酸第1鉄	7.5	~	30	g/l
硫酸ニッケル	120	~	240	g/l
塩化ニッケル	37.5			g/l
ほう酸	30			g/l
サッカリナトリウム	0.2			g/l
ラウリル硫酸ナトリウム	2			g/l
酒石酸ナトリウムカリウム	5	~	10	g/l

【図8】

請求項3乃至6記載の発明の実施例で成膜された  
磁性膜の異方性の特性を説明する図

【図4】

めっき浴の各組成成分の各重量%時における飽和磁束密度  
とピッティングボテンシャルを示す図

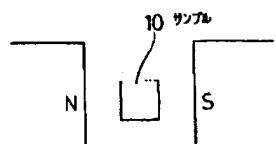
濃組成(wt%)			Bs(kG)	ピッティング ボテンシャル(mV)
Co	Fe	Ni		
11.5	17.7	70.8	13.8	300以上
30.5	17.5	52.0	13.5	300以上
61.4	9.0	29.6	14.7	80
76.5	6.0	17.5	15.1	-55
83.5	7.8	8.7	18.8	-144
61.3	17.2	21.5	18.0	170
88.5	11.5	0	20.0	-220

【図6】

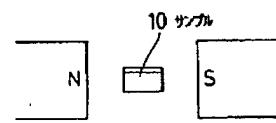
請求項5及び6記載の発明の実施例の説明図

【図9】

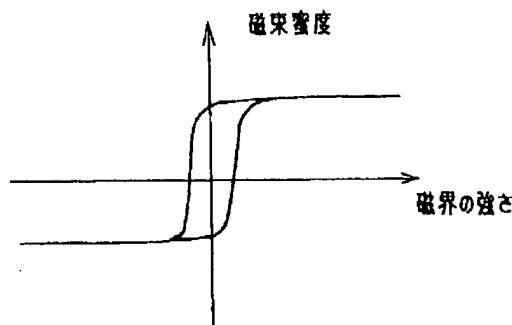
図8におけるA方向の磁化特性を説明する図



(a)

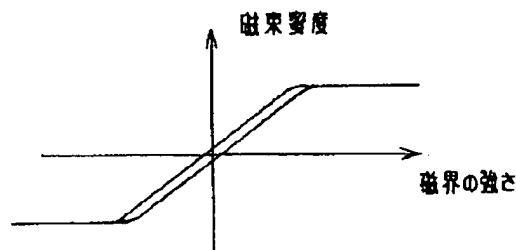


(b)



【図10】

図8におけるB方向の磁化特性を説明する図



【図7】

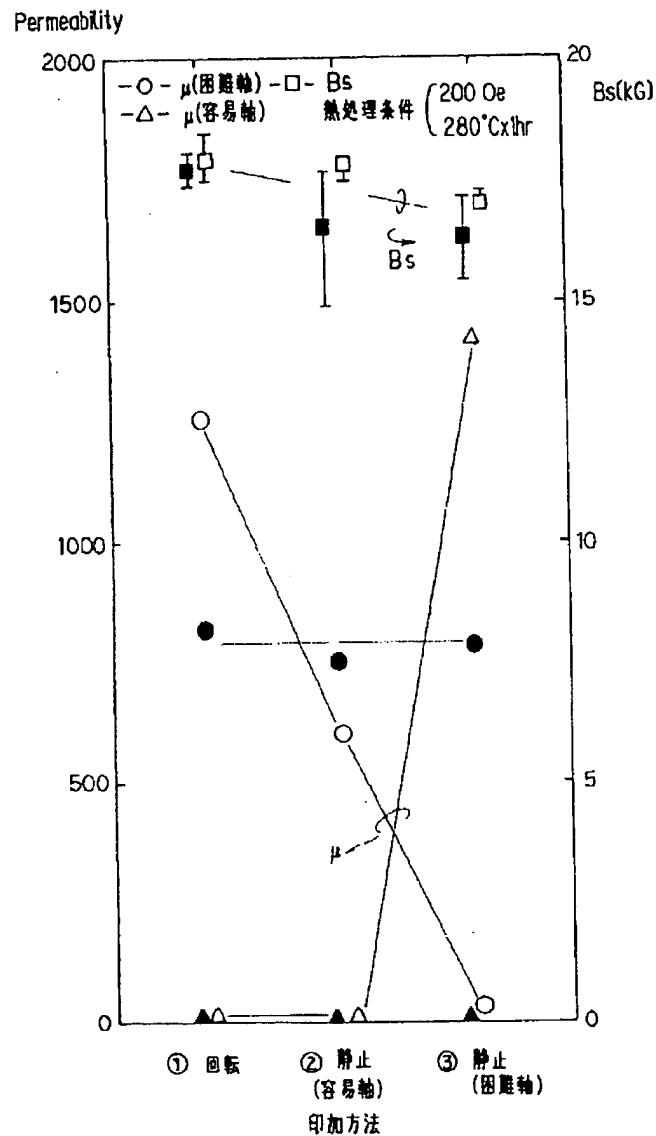
請求項3乃至6記載の発明の実施例のめっき浴の組成を説明する図

薬品名	添加量
硫酸コバルト	60.0 g/l
硫酸第1鉄	25.0 g/l
硫酸ニッケル	120.0 g/l
塩化ニッケル	37.5 g/l
ほう酸	30.0 g/l
リッカリ・ナトリウム	2.0 g/l
ラウリル硫酸ナトリウム	0.2 g/l
酒石酸ナトリウムカリウム	5.0 g/l

【图11】

## 印加磁場2000eの場合における熱処理の印加方向による透磁率と飽和磁束密度との関係を説明する図

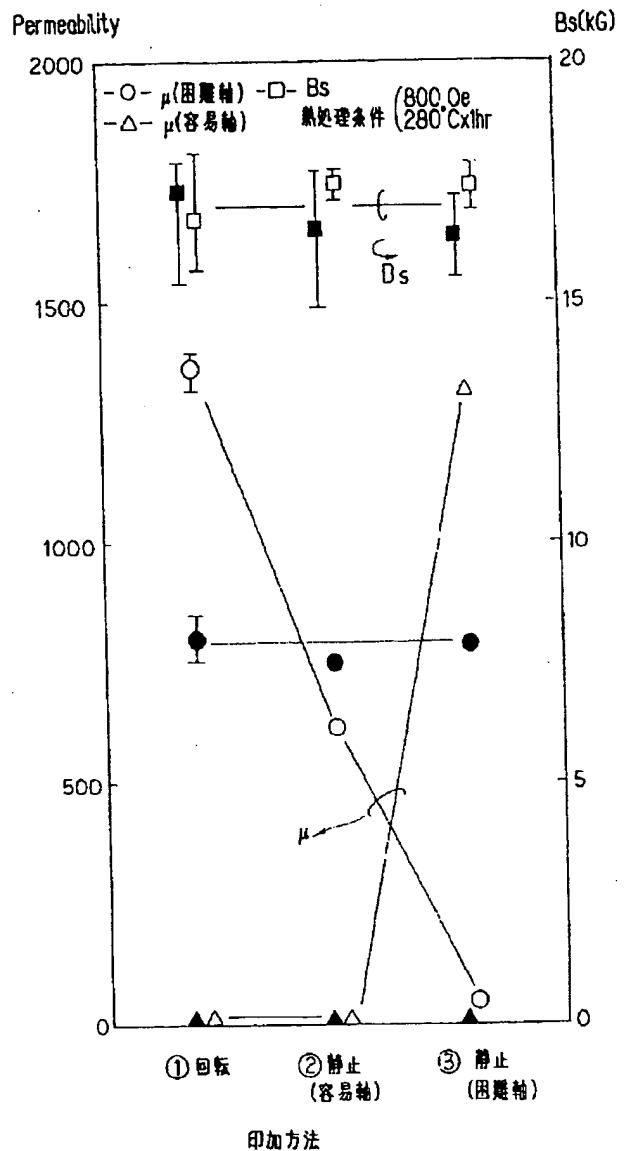
注)黒マークは熟処理前の値  
白マークは熟処理後の値



【図12】

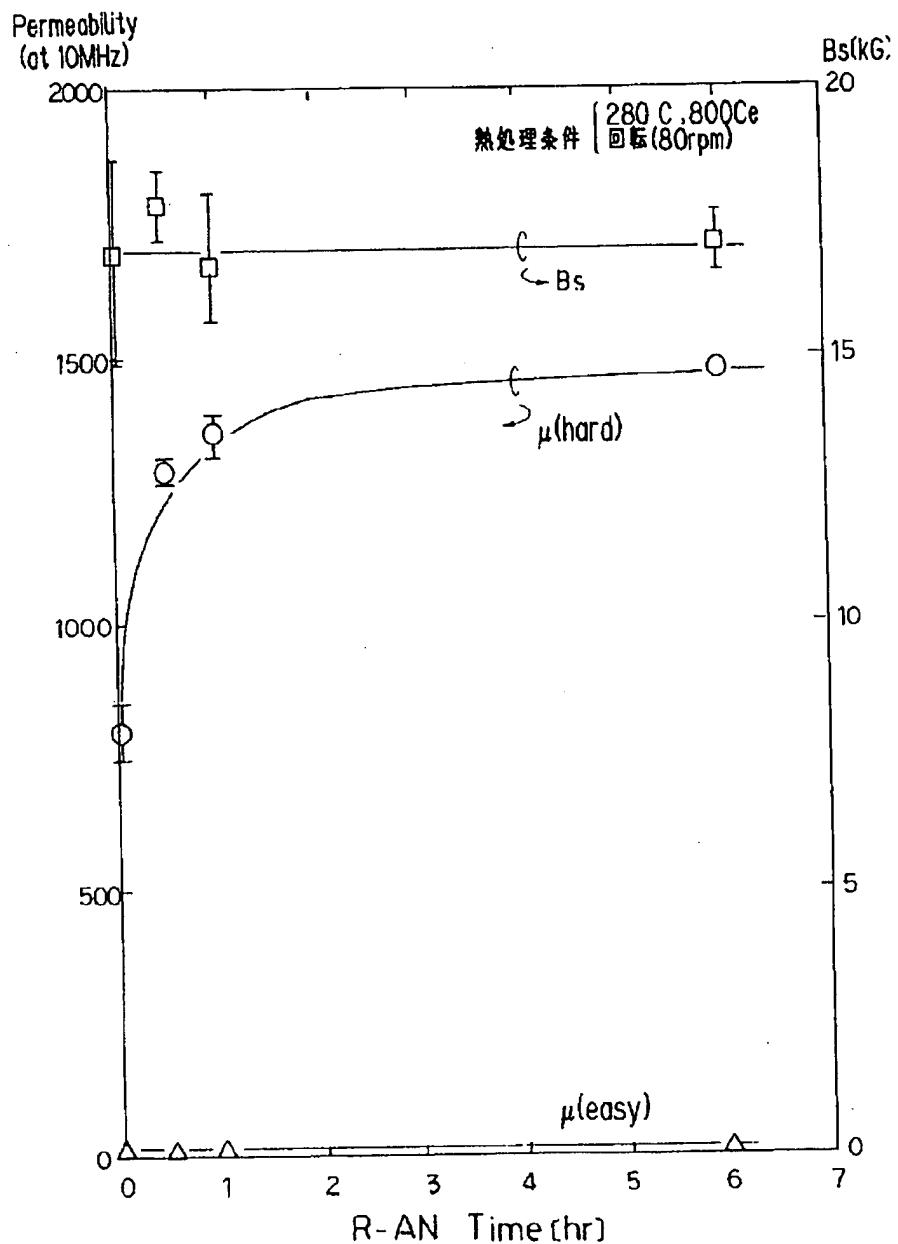
印加磁場8000eの場合における熱処理の印加方向による透磁率と飽和磁束密度との関係を説明する図

注)黒マークは熱処理前の値  
白マークは熱処理後の値



【図13】

熱処理時間による透磁率と飽和磁束密度  
との関係を説明する図



フロントページの続き

(72)発明者 押木 満雅

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地  
富士通株式会社内

(72)発明者 飯島 国雄

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地  
富士通株式会社内